

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 59-219473

(43)Date of publication of application : 10.12.1984

(51)Int.Cl.

C23F 1/00
// G01N 1/32

(21)Application number : 58-092904

(71)Applicant : NIPPON STEEL CORP

(22)Date of filing : 26.05.1983

(72)Inventor : IWASHITA YUKIHIRO
OOTA TATSUO
SAKAMOTO KENYA
NOMURA YUTAKA

(54) COLOR ETCHING SOLUTION AND ETCHING METHOD

(57)Abstract:

PURPOSE: To subject a steel material to color-coded etching by each structure by treating the steel material with a soln. prep'd. by adding a nitric acid to a soln. mixture composed of a picric acid/ethanol soln. and a sodium thiosulfate/citric acid soln. and treating further the material with a soln. mixture composed of said treating soln. and a nital soln., etc.

CONSTITUTION: A steel material is immersed for 3W15 seconds in a pretreating soln. prep'd. by mixing a soln. A prep'd. by dissolving 1W5g a picric acid in 100ml ethanol and a soln. B prep'd. by mixing 1W25g sodium thiosulfate and 1W5g a citric acid in 100ml water to 1:1 and adding 1.5W4% a nitric acid to said soln. The material is washed with alcohol and is dried then the material is immersed for 3W20 seconds in a post treating soln. prep'd. by mixing 10% the pretreating soln. with a 2% nital soln. or mixing 2W5% a nitric acid with 100ml ethanol to perform etching. The etched material is rinsed and dried. The steel material is color-etched by each structure by the above-mentioned method. The color-coded etching of, for example, ferrite to yellowish white, pearlite to black to pale blue, bainite to gray and martensite to yellow to brown is made possible.

⑯ 日本国特許庁 (JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報 (A)

昭59—219473

⑬ Int. Cl.³
C 23 F 1/00
// G 01 N 1/32

識別記号

厅内整理番号
7011—4K
6637—2G

⑭ 公開 昭和59年(1984)12月10日
発明の数 2
審査請求 未請求

(全 3 頁)

⑮ カラーエッティング液及びエッティング方法

⑯ 特 願 昭58—92904

⑰ 出 願 昭58(1983)5月26日

⑱ 発明者 岩下幸博
大分市大字西ノ洲1新日本製鐵
株式会社大分製鐵所内

⑲ 発明者 太田達雄
大分市大字西ノ洲1新日本製鐵
株式会社大分製鐵所内

⑳ 発明者 坂本研哉

大分市大字西ノ洲1新日本製鐵
株式会社大分製鐵所内

㉑ 発明者 野村豊

大分市大字西ノ洲1新日本製鐵
株式会社大分製鐵所内

㉒ 出願人 新日本製鐵株式会社

東京都千代田区大手町2丁目6
番3号

㉓ 代理人 弁理士 谷山輝雄 外3名

明細書

1. 発明の名称

カラーエッティング液及びエッティング方法

2. 特許請求の範囲

1 エタノール100mlにピクリン酸を1～5%の割合で溶解したA液、水100mlにチオ硫酸ナトリウム1～25%とクエン酸1～5%の割合で溶解したB液、A液とB液を1:1で混合した後、硝酸を1.5～4%の割合で添加混合した前処理液と、2%ナイタール液に前記前処理液を10%の割合で混合するか、又はエタノール100mlに硝酸2～5%の割合で混合した後処理液からなることを特徴とするカラーエッティング液。

2 エタノール100mlにピクリン酸を1～5%の割合で溶解したA液、水100mlにチオ硫酸ナトリウム1～25%とクエン酸1～5%の割合で溶解したB液、A液とB液を1:1で混合した後、硝酸を1.5～4%の割合で添

加混合した前処理液に鋼材を3～15秒浸漬後、アルコールで洗浄し、乾燥した後、2%ナイタール液に前記前処理液を10%の割合で混合するか、又はエタノール100mlに硝酸2～5%の割合で混合した後処理液の何れかに3～20秒浸漬後、水洗し、乾燥することを特徴とするエッティング方法。

3. 発明の詳細な説明

本発明は、鋼材の持つ組織を各組織別に色別可能にエッティングし、しかも粒界の現出を自由にコントロールできるカラーエッティング液及びその液を用いたエッティング方法に関するものである。

鋼材の性質を支配する要因の一つである組織は、通常、組織写真、組織測定（面積率、粒径、粒周長等）、組織別硬度等によって調査される。

従来は、5%ナイタール腐食液にて現出した組織によつて前述の諸調査を行つているが、次のような問題点があつた。即ち、各組織の鮮明度が組織定量化的ための機械処理能力に一部

(フェライト)を除いて満たないため一旦組織を写真に撮り、これを人の判断によつて組織別に着色色別けした後機械的画像処理で組織定量化をしていた。また、従来の時計液は粒界が現出するためこれが機械的画像処理を繁雑にしていた。このため、多大の労力と時間を要し、多大の処理費を費やしていた。更には、鋼材の成分、加工形態等により組織の一部(パーライト、ベーナイト、マルテンサイト)が肉眼でも判別し難いものがあり、あえて実行した場合の精度低下等必要な調査にも制限が生じていた。

本発明は、上記の如き従来技術の問題点を単に解決するのではなく、根本的な改革を前提に鋼材のフェライト、パーライト、ベーナイト、マルテンサイト等の各組織を組織別に色別可能なエッティング液の開発と、それによるエッティング方法の開発を目的に各種試験をもとに莫大な実験、検討を重ねた結果なされたもので、その特徴とするところは、1.エタノール100mlにピクリン酸を1~5%の割合で溶解したA液、

水100mlにチオ硫酸ナトリウム1~25%とクエン酸1~5%の割合で溶解したB液、A液とB液を1:1で混合した後、硝酸を1.5~4%の割合で添加混合した前処理液と、2%ナイタル液に前記前処理液を10%の割合で混合するか、又はエタノール100mlに硝酸2~5%の割合で混合した後処理液からなることを特徴とするカラーエッティング液、2.エタノール100mlにピクリン酸を1~5%の割合で溶解したA液、水100mlにチオ硫酸ナトリウム1~25%とクエン酸1~5%の割合で溶解したB液、A液とB液を1:1で混合した後、硝酸を1.5~4%の割合で添加混合した前処理液に鋼材を3~15秒浸漬後、アルコールで洗浄し、乾燥した後、2%ナイタル液に前記前処理液を10%の割合で混合するか、又はエタノール100mlに硝酸2~5%の割合で混合した後処理液の何れかに3~20秒浸漬後、水洗し、乾燥することを特徴とするエッティング方法である。

本発明のカラーエッティング液がどのような反

応機構から鋼材の各組織別にかくも鮮明な色別を提供するのか定かでないが、チオ硫酸ナトリウムとクエン酸が少なくとも前記した鋼材の四つの組織を色別することと粒界の現出が後処理液の硝酸濃度と浸漬時間によつて左右されるとの結果が端緒で、この結果をもとに重ねる実験で上記した構成液が最も鮮明にかつ再現性よく離れるが何れの場合においても常に同等のカラーエッティングを示すことを確認したものである。

次に本発明を実施例に基いて詳細に説明する。

(1) エッティング液の構成

前処理液

A液：ピクリン酸3% / エタノール100ml
溶液

B液：チオ硫酸ナトリウム5%、クエン酸
3% / H₂O 100ml 溶液

A液とB液を1:1で混合後、硝酸2%
を添加した液

後処理液

硝酸5ml / エタノール100ml 溶液

(2) 供試鋼材

表 1

鋼材	C	Si	Mn	P	S
A	0.174	0.017	1.22	0.020	0.003
B	0.137	0.022	0.72	0.018	0.004
C	0.096	0.015	0.55	0.015	0.013

(3) 処理方法

前処理液に5秒間浸漬後、鋼材を取り出し、メチルアルコールで洗浄後、送風乾燥(好ましくは40℃以下)を行い、次いで後処理液に5秒間浸漬後、鋼材を取り出して、流動水で洗浄後、送風乾燥(好ましくは40℃以下)した各鋼材を5~10分でカラー撮影した。

□ 处理結果

表 2

組織	強色色彩	鋼材
フェライト	黄白色	A、B、C
パーライト	黑色～淡青色	A、B、C
ベーナイト	灰色	A
マルテンサイト	黄色～茶色	B、C

④ 測定結果

本例は、供試鋼の上記諸色にもとづいて、硬さについては超微少硬度計、面積率については機械的画像処理によつて測定算出したものである。

表 3

組織	硬度Hr-10g	面積率%	鋼材
フェライト	125～131	80.3	B
パーライト	182～229	13.6	C
ベーナイト	150～162	36.5	A
マルテンサイト	313～426	11.3	C

することが好ましく、又、作成後6時間以上を経ると沈没物が発生し、反応に変化が生ずることがあるので、適当な変質防止剤を用いない場合は6時間を超える保存は避けることが望ましい。

本発明によると、既述の説明から明白なように鋼材の各組織を組織別に鮮明に色別できることから、そのままカラー組織写真を得ることができ、又、調査目的により粒界の現出を自由にコントロール可能であり、その上腐食サンプルから直接組織計測のための機械的画像処理が可能で多大の努力、時間、処理費が節減できるばかりでなく、新鋼材の開発速度を大幅に促進する等工業上もたらす効果は大きい。

本実施例におけるA、B、C各鋼材のエッチング特性をまとめると次のようになり、これ等を配慮して実用的なカラーエッチングが実現するのは、本発明が限定する液の構成範囲とエッチング方法であり、これを外れると次記する各特性は実用性の低下を招く。

- a. [C]が低くて加工量の大きいものの色が出難い。
- b. チオ硫酸ナトリウムの濃度が高い程、色は濃くなるが汚れが出来やすい。
- c. 処理(前・後共)の時間が20秒を超えると表面の肌が荒れ始める。
- d. 液温が高くなると(30～40℃)表面の肌が荒れ始める。
- e. 硝酸の濃度によつてパーライトの色彩が黒色から淡青色の間で変化する。
- f. 粒界は後処理液の硝酸濃度が濃くなるが、浸漬時間が長くなると現出がみられる。又、処理液は作成後ガスの発生を伴なうことがあるので作成後15分程度経過してから使用